

На правах рукописи



ЧЕЗГАНОВ Дмитрий Сергеевич

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПЕРЕКЛЮЧЕНИЯ ПОЛЯРИЗАЦИИ
В МОНОКРИСТАЛЛАХ НИОБАТА ЛИТИЯ И ТАНТАЛАТА ЛИТИЯ
ПРИ ПОВЫШЕННЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ И В РЕЗУЛЬТАТЕ
ВОЗДЕЙСТВИЯ ЭЛЕКТРОННОГО ЛУЧА**

01.04.07 – физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Екатеринбург – 2013

Работа выполнена на кафедре компьютерной физики и в лаборатории сегнето-электриков отдела оптоэлектроники и полупроводниковой техники НИИ физики и прикладной математики Института естественных наук ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.Ельцина», Екатеринбург.

Научный руководитель – доктор физико-математических наук,
профессор **Шур Владимир Яковлевич**

Официальные оппоненты – **Соколов Виктор Иванович**,
доктор физико-математических наук, профессор,
ФГБУН Институт физики металлов УрО РАН,
главный научный сотрудник лаборатории оптики
металлов

Кащенко Михаил Петрович,
доктор физико-математических наук, профессор,
ФГБОУ ВПО «Уральский государственный
лесотехнический университет», заведующий
кафедрой физики

Ведущая организация – ФГБОУ ВПО «Воронежский государственный
университет», Воронеж

Защита состоится 6 декабря 2013 г. в 15 часов на заседании диссертационного совета Д 212.285.02 на базе ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.Ельцина» по адресу: г. Екатеринбург, пр. Мира, 19.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.Ельцина»

Автореферат разослан «05» ноября 2013 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
доктор физ.-мат. наук



Г.И. Пилипенко

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы.

Переключение поляризации в сегнетоэлектрике под действием электрического поля, представляющее собой образование и рост доменов, рассматривают как аналог фазового перехода первого рода. Поэтому изучение кинетики доменной структуры (ДС) является фундаментальной проблемой физики конденсированного состояния.

При перестройке ДС существенную роль играет эффективность внешнего и объемного экранирования деполяризующего поля. Остаточное деполяризующее поле после завершения быстрого внешнего экранирования компенсируется медленными процессами объемного экранирования, что в значительной степени определяет кинетику ДС и форму изолированных доменов. Одним из механизмов объемного экранирования является объемная электропроводность.

Создание стабильной ДС определенной геометрии, разработка и усовершенствование методов ее формирования являются предметом новой отрасли науки и технологии – «доменной инженерии». Основной задачей доменной инженерии является создание в сегнетоэлектриках стабильных регулярных доменных структур (РДС) для улучшения нелинейно-оптических, электрооптических и акустических характеристик, например, для изготовления эффективных преобразователей частоты когерентного излучения. Наибольшие успехи достигнуты в монокристаллах ниобата лития (LN) и танталата лития (LT), обладающих большими значениями электрооптических и нелинейно-оптических коэффициентов. Для создания РДС прикладывают пространственно-неоднородное поле с помощью системы электродов, создаваемой литографией. Для подбора оптимальных параметров требуется понимание закономерностей кинетики ДС и процессов объемного экранирования, стабилизирующих созданную ДС. Исследование кинетики доменов и экранирования при температурах до 300°C представляет значительный интерес, поскольку повышение температуры существенно снижает пороговые поля и изменяет форму доменов. Аномальное возрастание электропроводности по доменным стенкам затрудняет создание РДС.

В настоящее время создание устройств на основе LN и LT с РДС с малыми периодами сталкивается с рядом проблем, таких как неконтролируемое слияние доменов и самопроизвольное частичное обратное переключение. Также существует ряд технологических проблем, связанных с необходимостью изготовления регулярных высококачественных электродных структур. Кроме того, минимально достижимый период РДС около 4 мкм, а для создания фотонных кристаллов нужны субмикронные периоды. Эти причины стимулируют поиск альтернативных методов создания РДС, среди которых воздействие электронным лучом. Формирование электронным лучом РДС с субмикронными периодами в LN и LT и последующее селективное химическое травление позволит создавать фотонные кристаллы.

Таким образом, комплексное исследование переключения поляризации при повышенных температурах и в результате воздействия сфокусированного электронного пучка, а также проводимости по заряженным доменным стенкам (ЗДС), актуально как для решения фундаментальных проблем физики твердого тела, так и для важных практических применений.

Целью работы является изучение особенностей переключения поляризации, формы доменов и параметров ДС в монокристаллах семейства ниобата лития (LiNbO_3 , LN) и танталата лития (LiTaO_3 , LT) при повышенных температурах и в результате воздействия сфокусированного электронного луча.

Для реализации цели были сформулированы следующие основные задачи:

- 1) Разработать методы изучения переключения поляризации при повышенных температурах и в результате воздействия сфокусированного электронного луча.
- 2) Исследовать температурную зависимость пороговых полей и провести анализ токов переключения при повышенных температурах на примере монокристаллов конгруэнтного LT.
- 3) Исследовать температурные зависимости формы изолированных доменов и особенности роста доменов после слияния в монокристаллах LN и LT.
- 4) Исследовать температурные зависимости аномального тока проводимости по заряженным доменным стенкам и его зависимость от времени.
- 5) Исследовать формирование ДС в результате воздействия сфокусированного электронного пучка на Z^+ -полярную поверхность.

Объекты исследования.

Исследование процесса переключения поляризации и тока проводимости по ЗДС проводилось в монокристаллах LN и LT с различной степенью отклонения от стехиометрического состава, как номинально чистых, так и легированных магнием.

Научная новизна работы заключается в следующем:

- 1) Разработаны оригинальные методы анализа тока переключения в растущем поле, позволяющие выделить отдельные стадии эволюции ДС.
- 2) Предложена оригинальная модель, согласно которой изменение формы изолированных доменов и особенности роста доменов после слияния при повышении температуры обусловлены переходом от детерминированного к стохастическому зародышеобразованию за счет изменения доминирующего типа проводимости.
- 3) Обнаружено, исследовано и объяснено формирование дендритных ДС в монокристаллах стехиометрического LN при повышенных температурах.
- 4) Впервые детально исследованы зависимости от температуры и времени аномально высокого тока проводимости по доменным стенкам в стехиометрических и легированных Mg кристаллах LN.
- 5) Выявлено и исследовано формирование внутриобъемных доменов в результате воздействия сфокусированного электронного луча на Z^+ -полярную поверхность.

Практическая значимость.

1. Закономерности температурной зависимости формы доменов в LN и LT будут использованы при изготовлении РДС для эффективных преобразователей длины волны излучения с повышенной надежностью, эффективностью и мощностью.
2. Выявленные зависимости аномальной проводимости по заряженным стенкам от времени и температуры позволят оптимизировать методы создания РДС.
3. Формирование ДС в результате воздействия сфокусированного электронного луча может быть использовано для создания РДС с улучшенными параметрами.

Достоверность полученных результатов обеспечивается применением современного аттестованного оборудования, надежной статистикой экспериментов, применением современных и независимых методов обработки экспериментальных данных, согласием с результатами других авторов и непротиворечивостью известным физическим моделям. Достоверность расчетов подтверждается обоснованностью допущений, а также согласованностью с экспериментальными результатами.

Основные положения и результаты, выносимые на защиту:

- 1) При повышении температуры уменьшаются пороговые поля переключения, возрастает электропроводность по сквозным ЗДС и уменьшается роль существующих доменов. Эти факты обусловлены увеличением скорости объемного экранирования и фиксации несквозных доменов.
- 2) Повышение температуры приводит к изменению формы доменов: в CLT от треугольной к круглой, а в NSLN и NSLT от правильной шестиугольной к бесформенной. В NSLN и NSLT при повышенных температурах отсутствует эффект восстановления формы после слияния доменов. Эффекты обусловлены изменением типа проводимости от анизотропной примесной к изотропной ионной.
- 3) Постепенное изменение формы доменов с ростом температуры вызвано увеличением отношения вероятностей стохастического и детерминированного зародышеобразования, что подтверждено компьютерным моделированием.
- 4) При переключении поляризации в однородном поле при повышенных температурах в стехиометрическом LN формируется дендритная ДС, что обусловлено эффектом коррелированного зародышеобразования.
- 5) Аномальный ток проводимости по сквозным ЗДС возникает при повышенных температурах в MgOLN и NSLN. Зависимость характерных времен увеличения и уменьшения тока является термоактивационной с энергией активации 1,1 эВ.
- 6) При облучении электронным лучом Z^+ -поверхности формируются стабильные внутриобъемные домены глубиной до 250 мкм, что обусловлено экранированием деполяризующих полей потоком электронов и током проводимости вдоль ЗДС.

Апробация работы.

Основные результаты были представлены на 17 Всероссийских и международных конференциях и симпозиумах: X, XI и XII Всеросс. молодёжных школах-семинарах по проблемам физики конденсированного состояния вещества (9-15.11.2009, 15-21.11.2010, 14-20.11.2011, Екатеринбург), 19th Int. Symp. on the Applications of Ferroelectrics and 10th European Conf. on the Applications of Polar Dielectrics (09-12.08.2010, Edinburgh, UK), 22^{ой} межд. конф. "Релаксационные явления в твердых телах" (14-18.09.2010, Воронеж), 10th Int. Symp. on Ferroic Domains (20-24.09.2010, Prague, Czech Republic), European Meeting on Ferroelectricity (26.06-02.07.2011, Bordeaux, France), 20th IEEE Int. Symp. on Applications of Ferroelectrics and the Int. Symp. on Piezoresponse Force Microscopy & Nanoscale Phenomena in Polar Materials (24-27.07.2011, Vancouver, Canada), XIX Всерос. конф. по физике сегнетоэлектриков (20-23.06.2011, Москва), XXIV Рос. Конф. по электронной микроскопии (29.05-01.06.2012, Черноголовка), 7th Int. Seminar on Ferroelastics Physics (10-13.09.2012, Voronezh), 3rd Int. Scientific Conf. "State-of-the-art Trends of Scientific Research of Artificial and Natural Nanoobjects" (10-12.10.2012, Saint Petersburg), 8th Asian meeting on Ferroelectrics (9-14.12.2012, Pattaya, Thailand), Int. Symp. on Applications of Ferroelec-

trics & European Conf. on the Applications of Polar Dielectrics & Int. Symp. Piezoresponse Force Microscopy and Nanoscale Phenomena in Polar Materials (9-13.07.2012, Aveiro, Portugal), 11th Int. Symp. on Ferroic Domains and Micro- to Nanoscopic Structures & 11th Russia/CIS/Baltic/Japan Symp. on Ferroelectricity (20-24.08.2012, Ekaterinburg), Joint Symp. of Int. Symp. on the Applications of Ferroelectrics – Piezoresponse Force Microscopy Workshop & Int. Frequency Control Symposium – European Frequency and Time Forum (21-25.07.2013, Prague, Czech Republic), Joint Symp. of Japan Society of Applied Physics and Materials Research Society (16-20.09.2013, Kyoto, Japan).

Публикации и личный вклад автора.

Основные результаты исследований опубликованы в 26 печатных работах (в том числе в трех статьях в рецензируемых научных журналах из перечня ВАК и 23 тезисах Всероссийских и международных конференций). Диссертационная работа выполнена в лаборатории сегнетоэлектриков отдела оптоэлектроники и полупроводниковой техники Института естественных наук Уральского федерального университета имени первого Президента России Б.Н.Ельцина в рамках исследований, проводимых при частичной поддержке РФФИ (гранты 08-02-12173-офи, 10-02-96042-р_урал_а, 10-02-00627-а, 10-02-96042-р-Урал-а, 08-02-90434-Укр_а, 08-02-99082-р_офи, 11-02-91066-CNRS-а), Федерального Агентства по образованию, ФЦП «Научные и педагогические кадры инновационной России на 2009 – 2013 годы» (гос. контракты № 02.552.11.7069, П870, П2127, 16.552.11.7020), гранта компании Carl Zeiss (договор №УрГУ 1/11 КЦ) и компании Оптэк (договор №52/11 КЦ), а также стипендий Губернатора Свердловской области (2011/2012 и 2012/2013 уч. г.), первого Президента России Б.Н.Ельцина (2012/2013 уч. г.) и при финансовой поддержке молодых ученых УрФУ в рамках реализации программы развития УрФУ.

Стендовый доклад по теме работы был признан лучшим на 11th Int. Symp. on Ferroic Domains and Micro- to Nanoscopic Structures and 11th Russia/CIS/Baltic/Japan Symp. on Ferroelectricity (ISFD-11-RCBJSF), Ekaterinburg.

Основные результаты работы получены лично автором. Выбор направления исследований, обсуждение результатов и формулировка задач проводились с научным руководителем профессором В.Я. Шуром, с.н.с. И.С. Батуриным и с.н.с. Д.К. Кузнецовым. Измерения тока проводимости - совместно с н.с. А.Р. Ахматхановым. Переключение поляризации при повышенных температурах и воздействии электронного пучка, визуализация ДС методами оптической и сканирующей электронной микроскопии и анализ токов переключения - лично автором. Визуализация ДС сканирующей зондовой микроскопией - с н.с. А.В. Иевлевым и м.н.с. М.М. Нерадовским, а сканирующей микроскопией комбинационного рассеяния - с м.н.с. М.С. Небогатиковым, н.с. Д.О. Аликиным и с.н.с. П.С. Зеленовским. Моделирование кинетики ДС - с с.н.с. А.И. Лобовым.

Структура и объем диссертации.

Диссертационная работа состоит из введения, 7 глав, заключения, списков цитируемой литературы, условных обозначений и опубликованных работ. Общий объем работы составляет 174 страницы, включая 99 рисунков, 6 таблиц, список условных обозначений, опубликованных работ и библиографию из 212 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы основные цели и задачи работы, определен объект исследований, показаны научная новизна и практическая значимость полученных результатов. Кратко изложены основные научные положения, выносимые на защиту. Приведены сведения об апробации работы, личном вкладе автора, структуре и объеме диссертации.

Первая глава является обзорной. В ней изложены основные свойства сегнетоэлектриков, современный взгляд на процесс переключения поляризации, кинетику ДС и методы их исследования. Особое внимание уделено методам визуализации статической ДС. Приведены основные физические свойства и особенности кинетики ДС в монокристаллах LN и LT. Представлены экспериментальные исследования формирования ДС в результате воздействия сфокусированного электронного луча.

Переключение поляризации рассматривается как аналог фазового перехода первого рода. Кинетика ДС обусловлена зародышеобразованием. Движущей силой является локальное значение усредненного по объему зародыша макроскопического электрического поля [1]. Прорастания и боковой рост доменов происходят за счет генерации и роста ступеней на доменной стенке.

Изолированные домены в LN имеют гексагональную форму, а в конгруэнтном LT – треугольную. Форма доменов обусловлена эффектом детерминированного зародышеобразования. Она изменяется при неэффективном экранировании и определяется соотношением скоростей генерации и роста ступеней [1]. Для анализа токов переключения используют формулу Колмогорова-Аврами (К-А), модифицированную для ограниченного объема с учетом изменения размерности роста [2,3].

Для выявления статической ДС в LN и LT используется селективное химическое травление [4]. Рельеф травления визуализируют оптической микроскопией (ОМ), атомно-силовой микроскопией (АСМ) и сканирующей электронной микроскопией (СЭМ). Для визуализации ДС без повреждения поверхности образца используют оптическую поляризационную микроскопию (ОПМ), сканирующую микроскопию пьезоэлектрического отклика (СМПО) и конфокальную микроскопию комбинационного рассеяния (КМКР). КМКР позволяет получить изображения ДС в объеме и провести реконструкцию эволюции ДС [5].

При комнатной температуре в LN и LT преобладает электронная прыжковая электропроводность, а при температурах выше 400 К – ионная [6]. В настоящее время интенсивно изучается электропроводность по доменным стенкам [7].

Анализ литературы выявил лишь одну работу по формированию поверхностной ДС при облучении электронным лучом Z^+ -полярной поверхности LN [8].

Вторая глава является методической и содержит характеристики исследованных образцов, описание экспериментальных установок и методик экспериментов.

Переключение поляризации при повышенных температурах исследовалось в LN и LT (Таблица 1). Исследование проводимости по ЗДС – в MgOLN и NSLN, а переключение поляризации сфокусированным электронным пучком – в MgOLN.

Образцы, вырезанные перпендикулярно полярной оси с полярными гранями, полированными до оптического качества, имели толщину от 0,4 до 1 мм.

Таблица 1 Основные параметры исследованных монокристаллов.

Код	Состав	$\frac{[Li]}{([Li]+[Ni(Ta)])}$	$T_c, ^\circ C$	Производитель	Метод получения	$E_{th}, \text{кВ/мм}$
CLT1	Конгруэнтный	0,485	602 ± 3	Yamaju, Япония	Чохральского	21,7
CLT2	Близкий к конгруэнтному	0,49	633 ± 3	Фомос-Материалс, Россия	Чохральского	12,8
NSLT	Близкий к стехиометрическому	0,498	692 ± 3	Oxide Corp., Япония	Чохральского с двойным тиглем	1,1
CLN	Конгруэнтный	0,484	1142 ± 3	SIPAT, Китай	Чохральского	21,7
NSLN	Близкий к стехиометрическому	0,497	–	SAES Getters S.P.A, Италия	Из расплава с K_2O	3,5
MgOLN	Конгруэнтный, 5 моль% MgO	–	–	Yamaju, Япония	Чохральского	5

Для переключения поляризации и измерения проводимости на полярные поверхности методами ионно-плазменного и магнетронного распыления наносились электроды из Cr или прозрачного оксида $In_2O_3:Sn$ (ITO) толщиной около 100 нм. На Z^+ -поверхность наносилась матрица электродов круглой формы диаметром 2 мм, а на Z^- -поверхность – сплошной электрод. Перед переключением поляризации электронным лучом на Z^- -поверхность наносился сплошной электрод из Ta.

Переключение поляризации. Измерение проводимости и тока переключения.

Для переключения поляризации при повышенных температурах образец медленно нагревали до необходимой температуры, после чего прикладывали однополярные импульсы поля (Рис. 1а). Времена нарастания поля до E_{min} и спада от E_{max} до нуля составляли 0,5 с. Интервал времени от E_{min} до E_{max} изменялся от 1 до 5 с при скорости нарастания поля 500 В/с. Ток переключения записывался с помощью измерительного блока, собранного на основе модифицированной схемы Мерца. Величина E_{max} выбиралась таким образом, чтобы получить частичное переключение поляризации и исследовать форму изолированных доменов.

Пороговое поле определялось как поле, при котором величина переключенного заряда, полученного интегрированием тока, составляла 0,1 мкКл.

Измерения зависимости тока проводимости по ЗДС от времени проводились после частичного переключения поляризации при температурах 100 – 200°C (Рис. 1б). Однополярный импульс высокого напряжения длительностью 5 с прикладывался для частичного переключения поляризации и регистрировался ток переключения. Степень переключения контролировалась по наблюдению ДС методом ОПМ. Затем образец переключался на цепь измерения проводимости при приложении однополярного или серии биполярных прямоугольных импульсов с периодом от 1 до 10 с и амплитудой 10 В. Ток проводимости измерялся с помощью пикоамперметра.

Визуализация статической ДС после удаления электродов проводилась СМПО и КМКР, а после селективного химического травления ОМ, АСМ и СЭМ.

СМПО позволяла визуализировать ДС без травления. Использовались зондовые датчики DCP-20 (НТ-МДТ, Россия) с радиусом закругления около 40 нм и проводящим алмазоподобным покрытием. Разрешение около 40 нм.

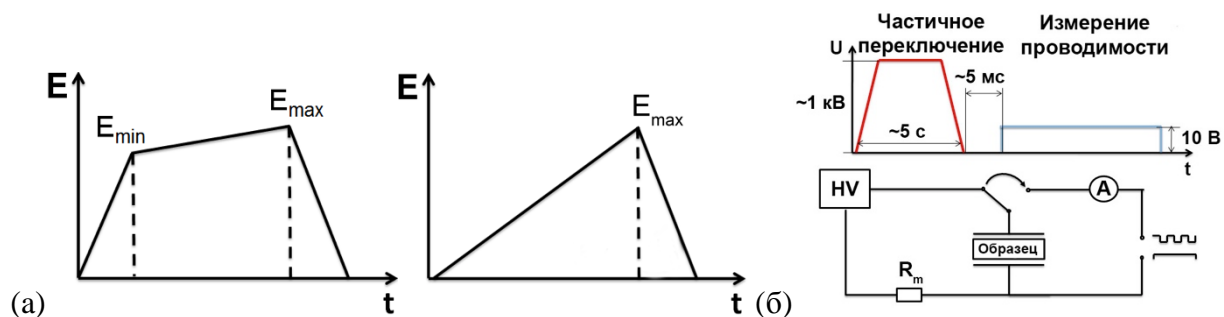


Рис. 1 (а) Используемые формы импульсов переключающего электрического поля, (б) методики измерения тока проводимости по ЗДС и его зависимости от времени.

КМКР позволяла получать изображения ДС в объеме на различной глубине и выявлять эволюцию несквозных доменов [5]. Анализ основан на предположении, что домены зарождаются на полярной поверхности, и сохраняется отношение скорости роста в поперечном и вертикальном направлении. Изображения с большей глубины соответствуют ранним стадиям эволюции доменов на поверхности. Горизонтальное разрешение - 300 нм, а в глубину - 500 нм.

ОМ в режимах темного и светлого поля на отражение визуализировала выявленный химическим травлением рельеф с разрешением около 500 нм, а АСМ - с нанометровым горизонтальным и субнанометровым вертикальным разрешением.

СЭМ с SE и In-Lens детекторами в режиме детектирования вторичных электронов обеспечивала визуализацию рельефа травления с разрешением 1,5 нм. СЭМ позволяла выявлять домены шириной менее 20 нм (Рис. 2а) и по сравнению с СМПО обладала значительно большей скоростью получения изображения и разрешением (Рис. 2б,в).

СЭМ также использовалась для визуализации микро- и нанодоменов без травления за счет различия эмиссии электронов с поверхности различных доменов [9] (Рис. 3). Для компенсации влияния зарядки поверхности на положение электронного луча использовались: (1) проводящий слой Сг или С (Рис. 3а), (2) низкое ускоряющее напряжение (Рис. 3б), (3) локальная компенсация заряда (Рис. 3в).

Сравнение СЭМ и СМПО изображений позволило выявить вызванное травлением изменение ДС [10] (Рис. 4). Установлено, что ДС не изменяется при глубине травления менее 40 нм.

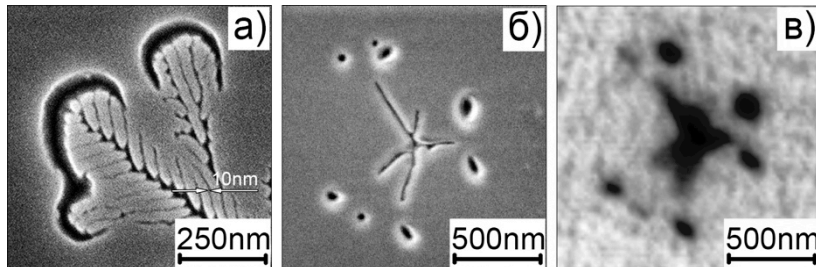


Рис. 2 (а) Визуализация нанодоменных структур методом СЭМ. Сравнение (б) СЭМ и (в) СМПО изображений дендритной нанодоменной структуры. CLN.

Сравнение СЭМ и СМПО изображений позволило выявить вызванное травлением изменение ДС [10] (Рис. 4). Установлено, что ДС не изменяется при глубине травления менее 40 нм.

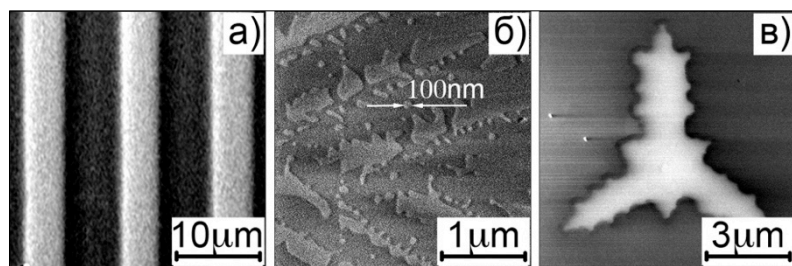


Рис. 3 ДС с использованием: (а) проводящего покрытия, (б) низкого ускоряющего напряжения, (в) компенсации заряда.

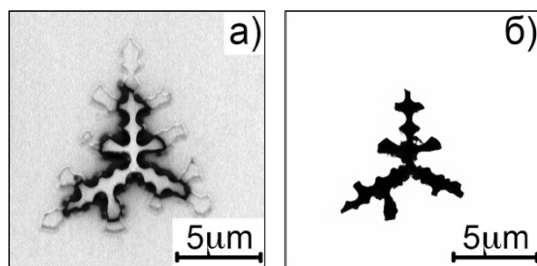


Рис. 4 Изменение ДС после травления. (а) АСМ+СМПО, (б) СМПО.

Формирование доменной структуры при воздействии электронного луча производилось облучением Z^+ -полярной поверхности в камере сканирующего электронного микроскопа, оборудованного системой электронной лучевой литографии (ЭЛЛ) после плазменной очистки поверхности. Эксперименты проводились при ускоряющих напряжениях (U) 15, 20 и 25 кВ и токе (I) 280–450 пА. Дозы облучения: для точек $D_D=2,4\text{--}28,8$ нКл, для линий $D_L=0,5\text{--}11,25$ мкКл/см. Применялись: точечное облучение и нанесение серий вертикальных и горизонтальных линий с периодом 10 и 20 мкм и различным шагом возрастания дозы. Ширина линий и размер точек зависели от эффективного диаметра электронного зонда.

Исследования проводились в Уральском ЦКП «Современные нанотехнологии» ИЕН УрФУ с помощью зондовых нанолaborаторий NTEGRA Aura и NTEGRA Spectra (HT-МДТ), конфокального микроскопа (WITec), СЭМ Auriga Crossbeam (Carl Zeiss NTS) с системой ЭЛЛ Elphy Multibeam (Raith GmbH). Часть работ была выполнена в Центре метрологического обеспечения и оценки соответствия нанотехнологий и продукции nanoиндустрии ВНИИОФИ (Москва) на СЭМ NVision 40 (Carl Zeiss NTS) с системой ЭЛЛ Elphy Quantum (Raith GmbH).

Третья глава посвящена изучению интегральных параметров переключения поляризации: температурной зависимости пороговых полей, а также особенностей тока переключения при повышенных температурах на примере CLT.

Пороговые поля

Для всех материалов повышение температуры от комнатной до 250°C уменьшало пороговое поле первого переключения из монокристаллического состояния (Таблица 2).

Таблица 2 Температурная зависимость пороговых полей.

Образец	Пороговое поле, кВ/мм								
	25°C	50°C	100°C	125°C	150°C	175°C	200°C	225°C	250°C
CLT1	21,7	21,25	20	19,2	16,7	15,8	15,0	–	10,3
CLT2	12,8	12,7	12,2	12	10,8	9,5	8,0	–	–
NSLT	1,1	1,0	0,85	0,82	0,76	0,71	0,68	–	–
CLN	21,7	–	–	–	15,9	14,9	13,0	–	10,3
NSLN	3,5	3,1	2,7	2,55	2,4	1,9	1,8	1,5	1,2
MgOLN	5	3,9	1,9	–	1,6	–	1,4	–	1,1

Анализ токов переключения

Анализ тока переключения в растущем поле был проведен в CLT1 при температурах в диапазоне от комнатной до 250°C. Токи аппроксимировались модифицированной формулой Колмогорова-Аврами (1) [2,3].

$$j(t) = \frac{dQ}{dt} = 2P_s \cdot A \cdot n(m+1) \cdot \frac{(t-t_{st})^{n(m+1)-1}}{t_0^{n(m+1)}} \cdot \exp \left[- \left(\frac{t-t_{st}}{t_0} \right)^{n(m+1)} \right] + j_0, \quad (1)$$

где $t_0 = \left[\frac{n\sqrt{c\beta}}{m+1} \mu \left(\frac{dE}{dt} \right) \right]^{-1/(m+1)}$ – характерное время, c – константа формы, β – плотность существующих доменов, μ – подвижность доменных стенок, dE/dt – скорость нарастания поля, P_s – спонтанная поляризация, t_{st} – время начала переключения, n – размерность роста, j_0 – ток смещения, $(m=1)$ – случай линейно-растущего поля.

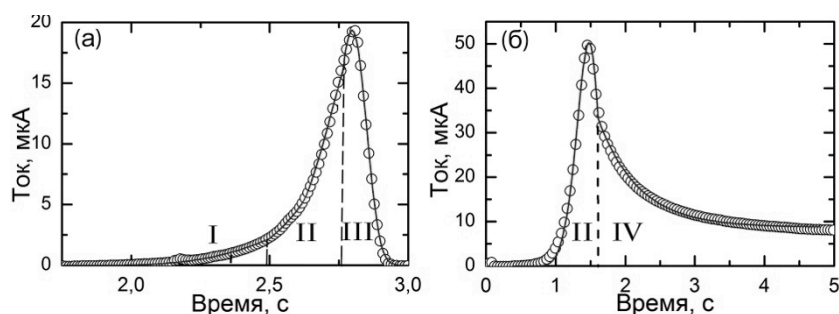


Рис. 5 Аппроксимация токов переключения при переключении поляризации в линейно-растущем поле в CLT при: (а) 50°С, (б) 250°С. (I) β (2D) модель, (II) $\beta+\alpha$ (2D) модель, (III) β (2D) модель, (IV) уравнение (2).

Анализ токов позволил разделить переключение поляризации при температурах близких к комнатной на несколько стадий (Рис. 5а). Начальная стадия аппроксимирована β (2D)-моделью, что свидетельствует о преобладании роста существующих изолированных доменов. На второй стадии – $\beta+\alpha$ (2D)-моделью, что обусловлено образованием и ростом новых доменов. Ток переключения на третьей стадии вновь описывается β (2D)-моделью, что вызвано уменьшением образования новых доменов, благодаря подавлению зародышеобразования вблизи доменов. Форма тока качественно изменялась при температурах выше 200°С (Рис. 5б). Начальная стадия успешно аппроксимирована α (2D)-моделью, что указывает на уменьшение роли существующих доменов. Заключительная стадия аппроксимирована релаксационной формулой (2), что можно отнести за счет релаксации проводимости по ЗДС.

$$j(t) = j_0 + Be^{-\frac{t}{\tau}}, \quad (2)$$

где j_0 – компонента тока, B – амплитуда, τ – время релаксации.

Аппроксимация токов позволила определить температурную зависимость E_n , при котором начинается образование новых доменов (начало α (2D)-процесса). Двукратное уменьшение E_n при изменении температуры от комнатной до 250°С (Рис. 6) отнесено за счет увеличения объемной проводимости, ускоряющей объемное экранирование деполяризующего поля.

Доменная структура

Было показано, что ДС на Z^+ и Z^- -полярных поверхностях качественно различалась (Рис. 7). При $T < 130^\circ\text{C}$ на Z^+ -поверхности росли и сливались треугольные домены, однако, их рост в полярном направлении был неполным. На Z^- -поверхности формировались сложные квазирегулярные структуры с ЗДС (Рис. 7б). Подобный эффект наблюдался ранее в CLN с твердотельными электродами [11]. При $T > 200^\circ\text{C}$ формировались сквозные структуры и на обеих полярных поверхностях наблюдались круглые домены (Рис. 7д–8з). Домены имели форму усеченных конусов.

Эти результаты позволили описать изменение кинетики ДС при повышении температуры. При низких температурах на первой стадии растут существующие несквозные иглообразные домены в полях ниже порогового E_n . Вторая стадия, при $E > E_n$, соответствует образованию, росту и слиянию новых доменов. Неполное экранирование деполяризующего поля приводит к прекращению образования доменов между сближающимися доменными стенками на заключительной стадии.

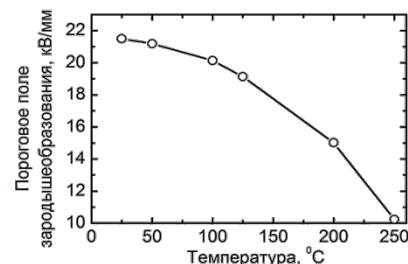


Рис. 6 Температурная зависимость порогового поля зародышеобразования для CLT1.

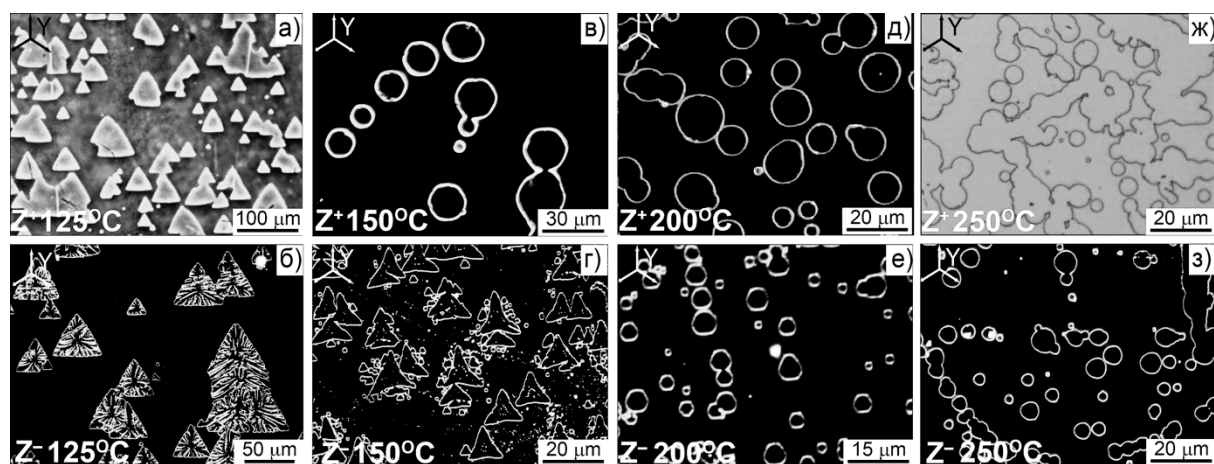


Рис. 7 ДС CLT на Z^+ и Z^- -поверхностях после частичного переключения при повышенных температурах.

Исчезновение первой стадии при повышенных температурах обусловлено тем, что существующие несквозные домены зафиксированы объемным экранированием и не растут при приложении поля. Заключительная стадия обусловлена релаксацией проводимости вдоль заряженных стенок доменов в форме усеченных конусов.

Изменения кинетики ДС при повышении температуры обусловлены более эффективным объемным экранированием за счет увеличения объемной электропроводности.

В четвертой главе приводятся результаты исследования температурной зависимости формы изолированных доменов и особенностей слияния доменов при повышенных температурах в монокристаллах семейства LN и LT.

Форма изолированных доменов при комнатной температуре

При комнатной температуре полученные классические формы доменов: правильный шестиугольник с Y-стенками (6Y) в LN и NSLT (Рис. 8а,б), и правильный треугольник с X-стенками (3X) в CLT (Рис. 8в). Различие в форме можно объяснить в рамках кинетического подхода [12].

Известно, что в LN и LT рост многоугольных доменов при комнатной температуре является результатом детерминированного зародышеобразования, представляющего собой генерацию ступеней преимущественно на трех несмежных вершинах многоугольника и их последующий рост в трех Y^+ -направлениях (Рис. 8г), что обусловлено анизотропией объемного экранирования [13]. Различия формы обусловлены существенной разницей во временах экранирования, поскольку ориентация доменных стенок определяется эффективностью экранирования деполяризующего поля и концентрацией ступеней [12]. Эффективное объемное экранирование в LN и NSLT при медленном переключении приводит к росту шестиугольных доменов с Y-стенками за счет более быстрого роста ступеней по сравнению с их генерацией.

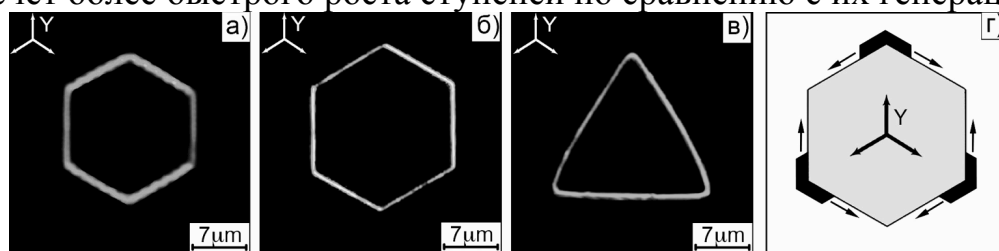


Рис. 8 Форма изолированных доменов при переключении при комнатной температуре в: (а) NSLN, (б) NSLT, (в) CLT. (г) Детерминированное зародышеобразование.

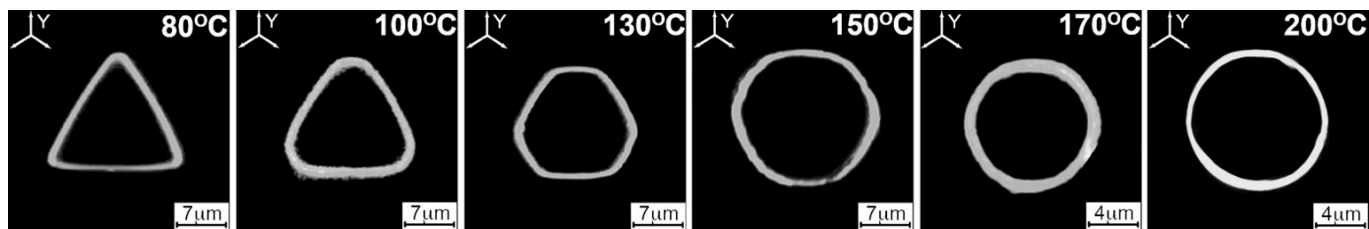


Рис. 9 Температурная зависимость формы изолированных доменов в CLT1.

Неэффективное экранирование приводит к возникновению шлейфа некомпенсированного деполяризующего поля, замедляющего рост ступеней и увеличивающего концентрацию ступеней на стенке. При предельной концентрации ступеней в CLT образуются треугольные домены с X-стенками.

Температурная зависимость формы изолированных доменов

При повышении температуры форма изолированных доменов во всех исследованных кристаллах (Таблица 1) существенно изменялась.

1. В CLT выявлен эффект образования круглых доменов при повышенной температуре (Рис. 9). В CLT1 при $T > 80^\circ\text{C}$ домены имели форму правильных треугольников с X-стенками. Радиус закругления углов при вершинах увеличивался при увеличении температуры. При $150 < T < 190^\circ\text{C}$ форма изменялась на шестиугольную с X-стенками. При $T > 190^\circ\text{C}$ формировались домены круглой формы.

2. В NSLN шестиугольная форма доменов с Y-стенками сохранялась до 200°C (Рис. 10а). При 200°C образующиеся домены имели шестиугольную форму со скругленными углами (Рис. 10б). Дальнейшее повышение температуры приводило к формированию дендритных структур (Глава 5).

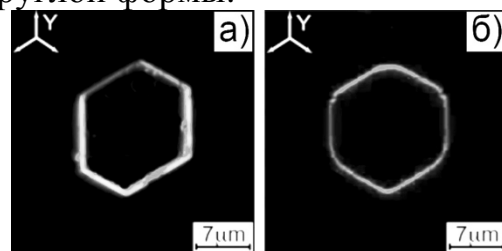


Рис. 10 Форма изолированных доменов в NSLN при T : (а) 150°C , (б) 200°C .

3. В NSLT, аналогично NSLN, при температурах от комнатной до 200°C росли шестиугольные домены с Y-стенками, а при температурах выше 200°C - круглые домены (Рис. 11). При $T > 130^\circ\text{C}$, росли и девятиугольные домены с тремя X и шестью Y-стенками ($3X+6Y$) (Рис. 11а,б).

Компьютерное моделирование роста изолированных доменов

Для объяснения изменения формы доменов было проведено компьютерное моделирование их роста. Пластина одноосного сегнетоэлектрика была представлена в виде матрицы дискретных элементов (элементарных ячеек) в форме гексагональной призмы. Каждый элемент мог находиться в одном из двух состояний с разным знаком спонтанной поляризации. На каждой итерации для каждого элемента ячейки принимался во внимание знак P_s шести ближайших соседей.

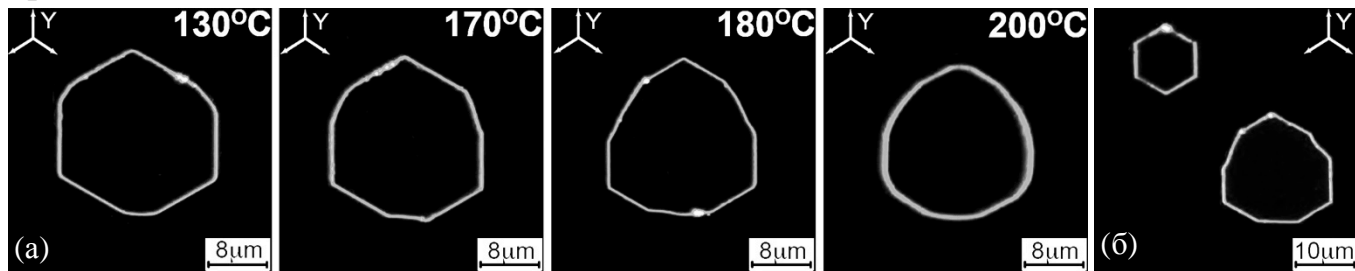


Рис. 11 (а) Формирование девятиугольных доменов в NSLT при повышении температуры, (б) шестиугольный и девятиугольный домены в NSLT при $T = 190^\circ\text{C}$.

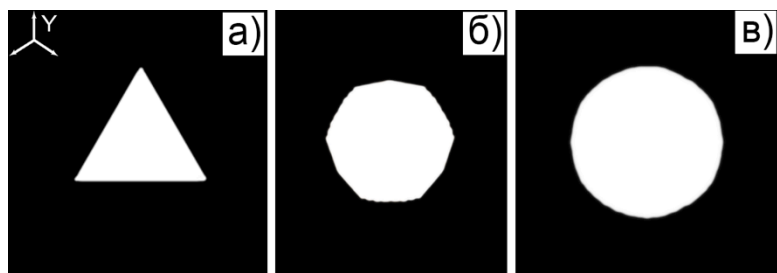


Рис. 12 Моделирование формы изолированных доменов: (а) 3X, (б) 6X, (в) круглая.

При таком рассмотрении трехмерное зародышеобразование соответствовало переключению элемента, не имеющего переключенных соседей, двумерное – переключению элемента с одним или двумя переключенными соседями, а одномерное – переключению

элемента с тремя или более переключенными соседями. Модель позволила исследовать послойный рост изолированного домена при детерминированном и стохастическом зародышеобразовании.

Была продемонстрирована эволюция формы доменов от треугольной (3X) к шестиугольной с X-стенками (6X) (Рис. 12) и далее к круглой форме за счет возрастания скорости объемного экранирования и перехода от детерминированного к стохастическому зародышеобразованию с равновероятным появлением ступеней на доменной стенке. Детерминированное зародышеобразование с добавлением стохастического и эффективное экранирование приводило к округлению шестиугольных (6Y) доменов (Рис. 13). При учете сосуществования детерминированного и стохастического зародышеобразования форма доменов изменялась от шестиугольника (6Y) до девятиугольника (3X+6Y) (Рис. 14).

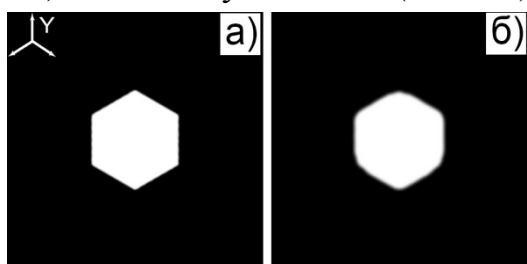


Рис. 13 Моделирование округления шестиугольной формы за счет вклада стохастического зародышеобразования.

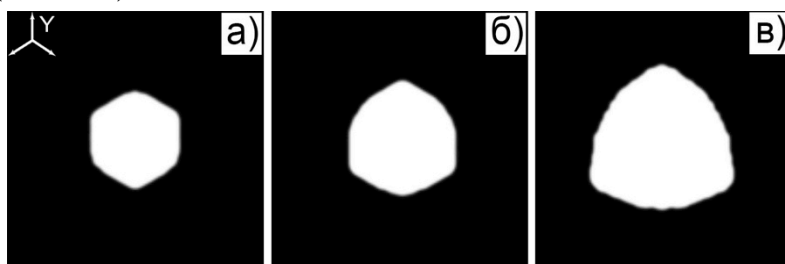


Рис. 14 Моделирование превращения шестиугольного домена (6Y) в девятиугольный (6Y+3X).

Слияние доменов при комнатной температуре

В LN и NSLT при комнатной температуре преобладало детерминированное зародышеобразование и рост изолированных доменов с Y-стенками. Выпуклая шестиугольная форма восстанавливалась после слияния за счет быстрого движения образующихся X-стенок с наибольшей концентрацией ступеней (Рис. 15а), что приводило к сохранению формы доменов. В CLT эффект сохранения формы домена отсутствовал: после слияния сохранялись вогнутые углы и наблюдался независимый рост доменов (Рис. 15б). Это приводило к формированию зигзагообразных X-ориентированных доменных стенок.

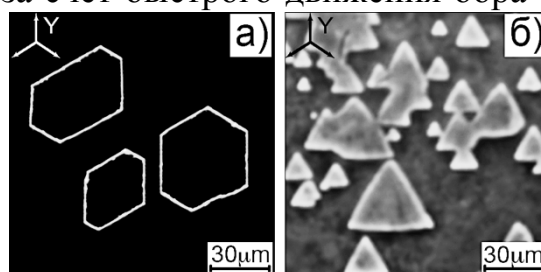


Рис. 15 Результат слияния доменов при комнатной температуре: (а) SLN, (б) CLT.

Особенности слияния доменов при повышенных температурах

В CLT с повышением температуры сохранялся независимый рост доменов, что приводило к формированию неупорядоченной ДС (Рис. 16).

В NSLN при повышении температуры росли домены неправильной формы за счет увеличения шероховатости доменной границы (Рис. 17). При слиянии круглых доменов при коррелированном зародышеобразовании при $T > 250^{\circ}\text{C}$ формировались самоорганизованные дендритные структуры (Глава 5). Образование сложных ДС обусловлено исчезновением эффекта сохранения формы домена и ориентации доменных стенок, что проявляется в отсутствии взаимодействия отдельных доменов при слиянии и их независимом дальнейшем росте.

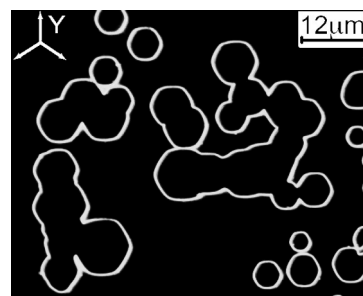


Рис. 16 OM изображение ДС в CLT при 150°C .

Все выявленные эффекты изменения формы и слияния изолированных доменов отнесены за счет перехода от детерминированного (при низких температурах) к стохастическому (при повышенных) зародышеобразованию, обусловленного преобладанием изотропного ионного механизма объемной проводимости [6], который обеспечивал стохастическое зародышеобразование с равновероятной генерацией ступеней вдоль всей стенки. В CLT переходная форма в виде шестиугольных доменов с X-стенками при температурах $130\text{--}170^{\circ}\text{C}$ является результатом конкуренции двух типов проводимости. При $T > 190^{\circ}\text{C}$ преобладание ионной проводимости приводило к изотропному росту круглых доменов.

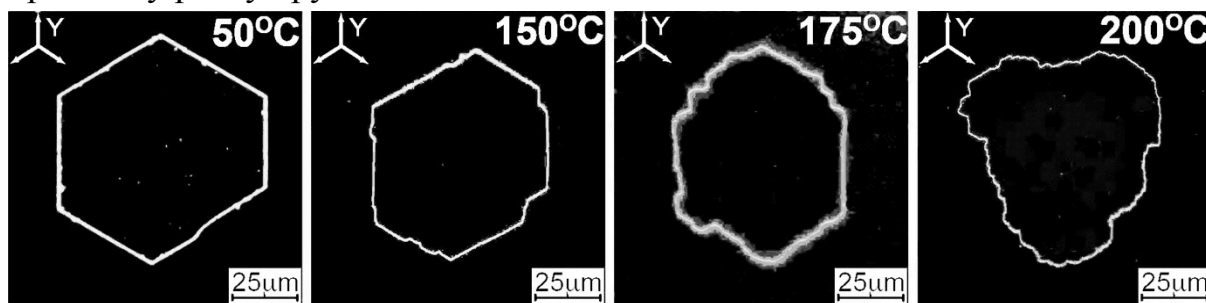


Рис. 17 Слияние изолированных доменов при различных температурах в NSLN.

Пятая глава посвящена исследованию формирования дендритных ДС при переключении поляризации в NSLN при $T > 230^{\circ}\text{C}$ (Рис. 18).

После частичного переключения на всей покрытой электродом Z^{+} -поверхности, образовывались домены сложной формы размерами до 30 мкм. Форма доменов была близка к звезде с Y-лучами (Рис. 18б – в). При формировании ветвей нового поколения наблюдалась потеря устойчивости формы доменной стенки (Рис. 18б). При приложении нескольких импульсов формировались более сложные дендритные структуры (Рис. 18а,б).

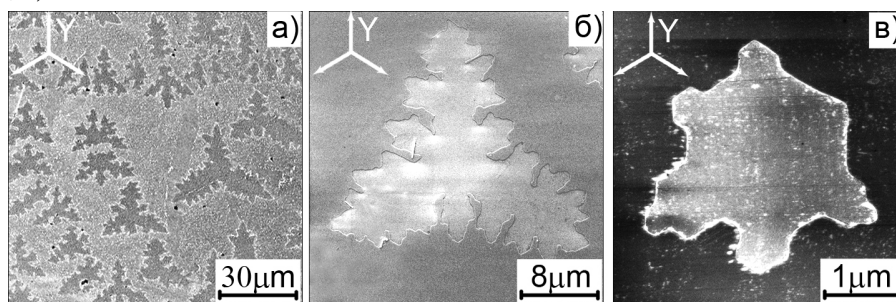


Рис. 18 Дендритные домены в NSLN. $T = 250^{\circ}\text{C}$. СЭМ изображения после селективного травления.

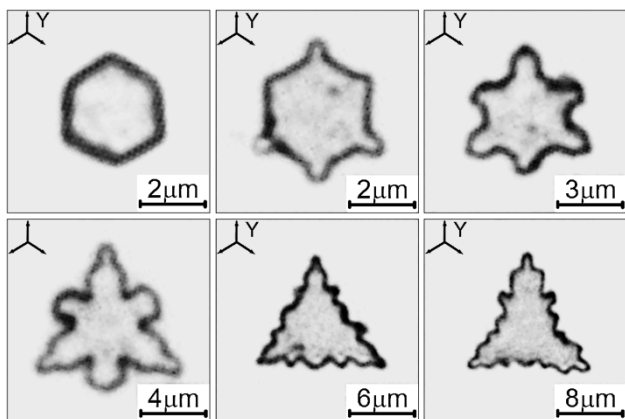


Рис. 19 Эволюция ДС в течение одиночного импульса с $E_{max}=1,5$ кВ/мм. ОМ изображения после селективного травления.

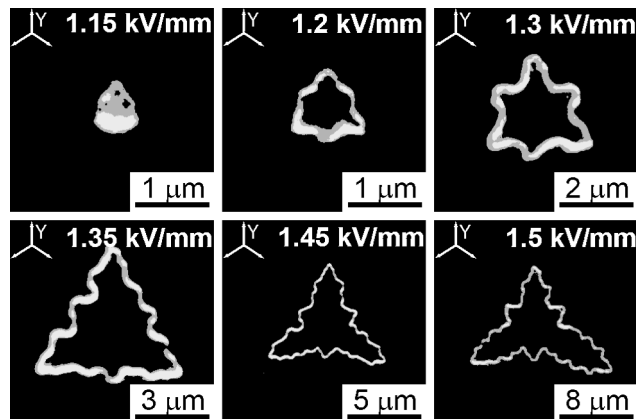


Рис. 20 Формы доменов, полученных при различных значениях E_{max} . ОМ изображения (темное поле) после селективного травления.

После одиночного импульса поля формировались домены с формой, близкой к шестилучевой звезде (Рис. 18в). Отсутствие ДС на Z^- -поверхности свидетельствовало о том, что все домены имели ЗДС. При переключении в линейно растущем поле в течение одного импульса можно было получить домены различной формы (Рис. 19). Наблюдаемые ДС были рассмотрены как соответствующие различным стадиям роста. Было показано, что различные формы изолированных доменов возникали в разных полях. Шестиугольная форма формировалась в сильном поле, звезды – в среднем поле, а домены с неправильной формой – в слабом поле. Аналогичные формы доменов получены при различных значениях E_{max} (Рис. 20).

Анализ изображений, полученных КМКР на различной глубине, позволил выявить механизмы формирования дендритной ДС, соответствующие различным диапазонам полей (Рис. 21). В слабом поле происходило дискретное переключение (коррелированное формирование структуры изолированных доменов [12,13]) и их слияние (Рис. 21а–в). В сильном поле – непрерывный рост доменов (Рис. 21г–е). Несимметричность формы доменов обусловлена взаимодействием доменов.

Были выявлены стадии эволюции ДС при приложении одного импульса (Рис. 22): (1) появление изолированного домена; (2) появление трех доменов, подавляющих дальнейший рост первого домена, на равном расстоянии от него в Y^+ -направлениях; (3) появление трех изолированных доменов на равном расстоянии от первого домена в Y^- -направлениях; (4) рост доменных цепей в Y^+ -направлениях;

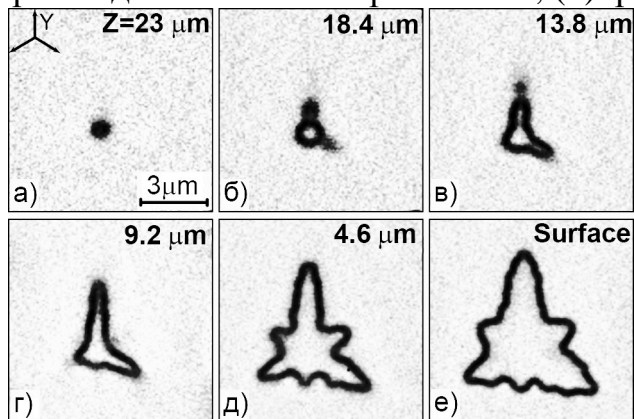


Рис. 21 Эволюция ДС при приложении одного импульса, полученная из КМКР изображений.

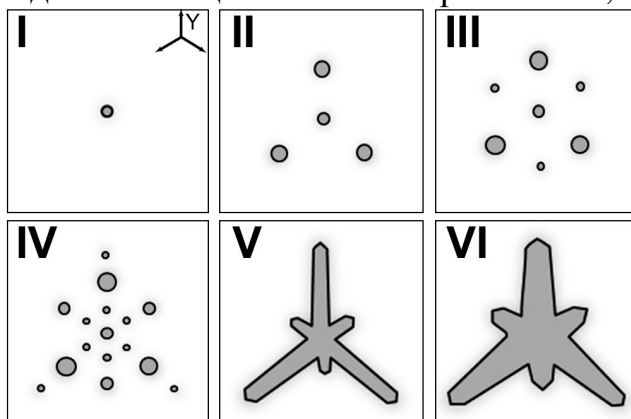


Рис. 22 Схема формирования дендритной ДС при приложении одного импульса поля.

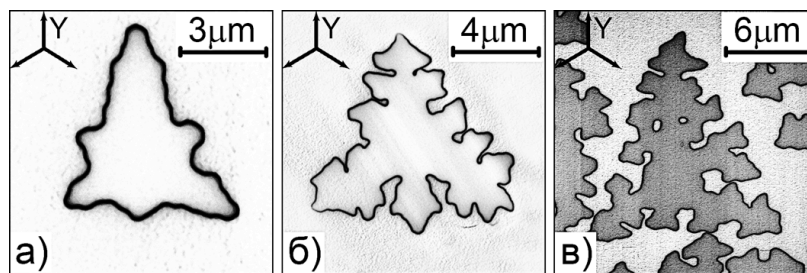


Рис. 23 СМПО изображения дендритных ДС, сформированных в результате воздействия: (а) одиночного импульса, (б) двух импульсов, (в) трех импульсов. $E_{max}=1,5$ кВ/мм.

(5) формирование шестилучевых звезд при слиянии доменов; (6) формирование звездоподобных структур за счет уширения лучей. Воздействие двух и трех импульсов приводило к дальнейшему усложнению формы дендритных ДС (Рис. 23б,в).

Анализ КМКР изображений, полученных после двух импульсов (Рис. 24), позволил выявить стадии формирования ДС при втором импульсе (Рис. 25): (1) появление 6 доменов второго поколения вблизи концов лучей; (2) коррелированное формирование 15 доменов второго поколения вокруг шести предшествующих, подавляющее удлинение лучей. Домены на концах Y^+ -лучей порождают три новых домена, а на концах Y^- -лучей - два новых домена, поскольку одно направление занято лучами, сформированными при первом импульсе; (3) слияние изолированных доменов второго поколения в пятилучевую звезду; (4) рост и слияние звезд. Эволюция дендритных структур при третьем импульсе происходила подобным образом.

Предложен механизм самоорганизованного формирования дендритных ДС. «Каркас» дендритной структуры образуется за счет дискретного переключения – формирования изолированных доменов и ориентированного роста квазирегулярных доменных цепей, обусловленного эффектом коррелированного зародышеобразования [12,13]. Моделированием было показано, что период цепей доменов с заряженными доменными стенками определяется длиной последнего домена в цепи [14].

Формирование остаточных доменных цепей при слиянии расширившихся соседних доменов вызвано электростатическим взаимодействием между сближающимися доменными стенками. Остаточное деполяризующее поле, возникшее после перемещения доменной стенки, препятствует зародышеобразованию на доменной стенке и прекращает дальнейшее движение стенки [1,12].

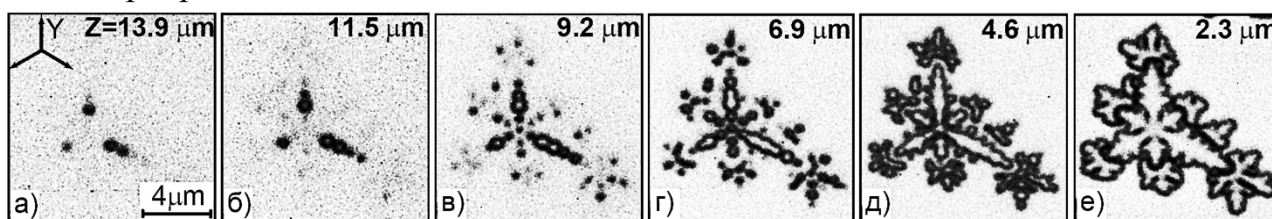


Рис. 24 Формирование ДС при приложении двух импульсов: (а)–(в) во время первого импульса, (г)–(е) во время второго импульса. КМКР изображения на различных глубинах.

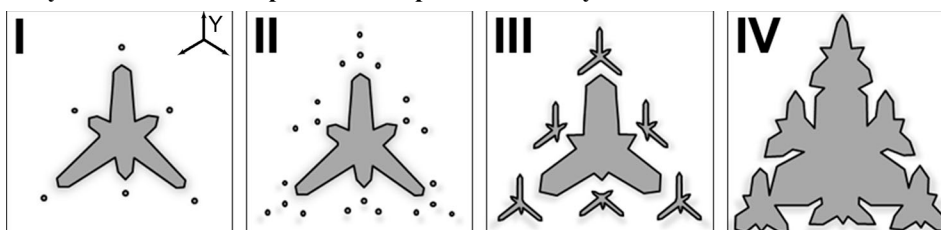


Рис. 25 Схема стадий формирования дендритной ДС при втором импульсе.

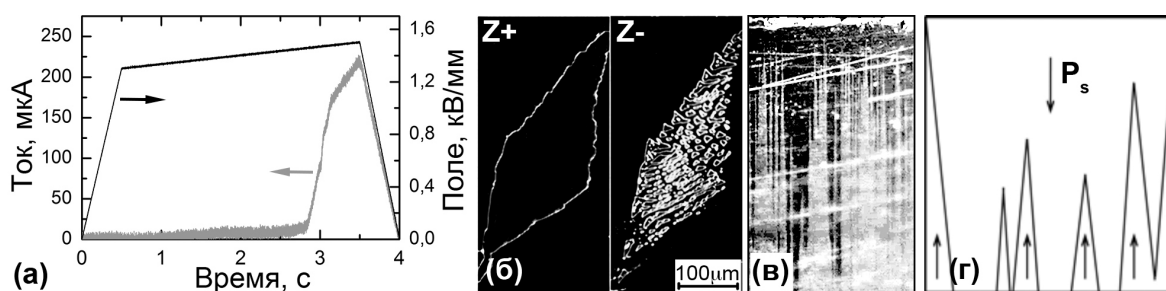


Рис. 26 (а) Характерный вид тока переключения при температуре 200°C в MgOLN; (б) – (в) изображения ДС MgOLN после частичного переключения поляризации при 200°C: (б) на Z^+ и Z^- -полярных поверхностях, (в) на Y -сечении; (г) схема формирования ЗДС.

Шестая глава посвящена исследованию аномально высокого тока проводимости по ЗДС и его изменения от времени и температуры.

Во всех исследуемых кристаллах обнаружено возникновение аномально высокого тока объемной проводимости после частичного переключения поляризации при высоких температурах (100-250°C) (Рис. 26а). Эффект изучен в MgOLN и NSLN.

Установлено, что возникновение аномального тока проводимости обусловлено формированием сквозной ЗДС, выявленной при анализе изображений ДС на Z^+ , Z^- поверхностях и Y -сечении (Рис. 26б,в). Интервал времени между началом переключения и появлением высокой проводимости соответствовал времени прорастания доменов через образец. После выключения поля наблюдалось увеличение и последующее уменьшение тока, причем характерные времена увеличения и уменьшения сильно зависели от температуры (Рис. 27). В NSLN максимальное значение тока на 4-5 порядков больше, чем в монодоменном состоянии. Зависимость тока от времени для обеих стадий была аппроксимирована законом Аррениуса. Из температурной зависимости постоянных времени была определена энергия активации для обеих стадий $W_{ac} = 1,1 \pm 0,1$ эВ (Рис. 29).

Выявленные эффекты увеличения и уменьшения аномально большого тока проводимости обусловлены изменением проводимости вдоль сквозных ЗДС. Объемное экранирование деполяризующего поля, создаваемого связанными зарядами, локализованными на ЗДС, приводит к накоплению объемного заряда. Формирование области объемного заряда приводит к увеличению тока проводимости за счет возникновения и роста «проводящего слоя». Последующее уменьшение тока проводимости можно отнести за счет захвата свободных носителей на глубокие ловушки. Ускорение увеличения и уменьшения тока проводимости можно отнести за счет роста объемной проводимости. Полученное значение энергии активации может быть отнесено за счет проводимости с участием вакансий лития.

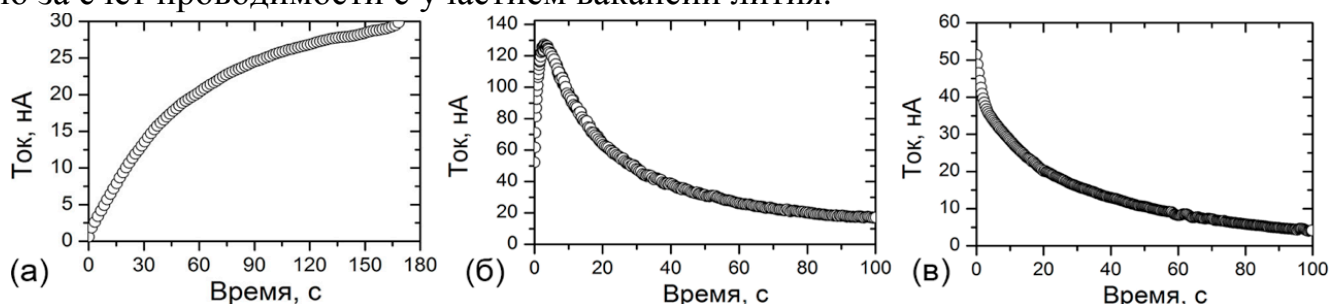


Рис. 27 Изменение тока проводимости при различных температурах: (а) 100°C, (б) 150°C, (в) 200°C в NSLN.

Было установлено, что увеличение площади переключенной области при частичных переключениях приводит к увеличению максимального значения тока проводимости. Было проведено измерение максимумов тока проводимости при последовательном переключении серией прямоугольных импульсов длительностью 5 с. Интервал между импульсами (100 с) обеспечивал релаксацию тока проводимости после предыдущего переключения. Предполагалось, что выявленная немонотонная зависимость максимального тока от количества приложенных импульсов обусловлена изменением длины ЗДС, образующихся на разных стадиях переключения, и подобна току переключения при обычном переключении поляризации, что позволило аппроксимировать ее формулой Колмогорова-Аврами (Рис. 28). Измерение максимального тока проводимости при переключении серией коротких импульсов с длительными паузами может быть использовано для количественного описания изменения концентрации сквозных ЗДС при переключении поляризации.

В седьмой главе приведены результаты изучения образования ДС в MgOLN в результате воздействия сфокусированного электронного луча на Z^+ -поверхность.

Впервые формирование доменов было обнаружено после плазменной очистки поверхности для удаления адсорбированных слоев. Увеличение длительности очистки приводило к увеличению концентрации образующихся доменов, однако, параметры ДС, создаваемой электронным облучением, при этом не изменялись.

При точечном облучении Z^+ -поверхности MgOLN под поверхностью впервые были обнаружены шестиугольные домены поперечными размерами до 2 мкм и глубиной до 250 мкм (Рис. 30). СМПО и АСМ изображения свидетельствуют о формировании структуры с ЗДС (Рис. 30а,б). КМКР визуализация доменов в объеме показывает, что на глубине более 1 мкм домены имеют строго очерченную доменную границу в поперечном сечении (Рис. 30в) и клиновидную форму в вертикальном. Перечисленные факты, в совокупности с тем, что на Z^- -поверхности домены отсутствовали, позволяют утверждать, что имело место внутриобъемное переключение. Домены имели коническую форму с основанием в виде шестиугольника и аспектным соотношением 70-90. ЗДС в Z^+ -направлении от основания конуса имела сложную форму. Формирование доменов наблюдалось при дозах более 2,4 нКл.

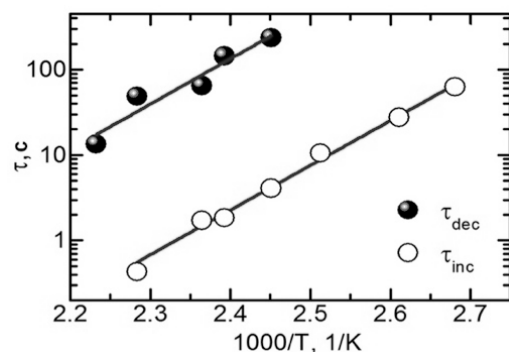


Рис. 29 Температурные зависимости постоянных времени увеличения (τ_{inc}) и уменьшения (τ_{dec}) тока проводимости в NSLN, аппроксимированные законом Аррениуса.

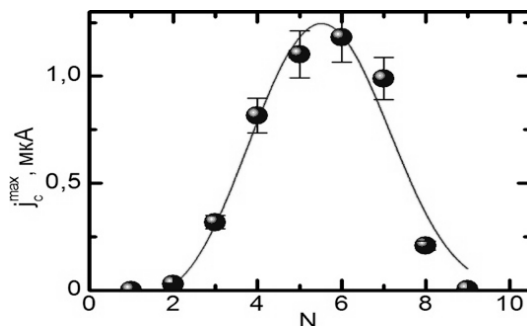


Рис. 28 Зависимость максимума тока проводимости от количества частично переключающих импульсов поля в MgOLN при $T = 150^\circ\text{C}$, аппроксимированная формулой Колмогорова-Аврами.

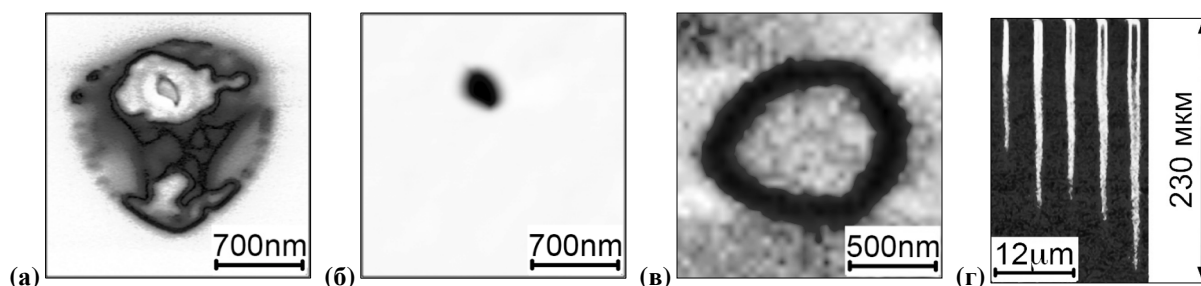


Рис. 30 (а) СМПО, (б) АСМ и (в), (г) КМКР изображения изолированных доменов, полученных в результате точечного облучения при $U = 15$ кВ. MgOLN, плазменная очистка Z^+ -поверхности – 20 мин.

При облучении поверхности вдоль линий при $U = 15$ кВ и дозе менее 6 мкКл/см формировались цепи дискретных доменов (Рис. 31а), а при дозе более 6 мкКл/см – доменные линии шириной около микрона (Рис. 31в). Показано, что увеличение дозы приводит к уширению доменных линий. Сравнение рельефа поверхности после травления и СМПО изображения доменов показывает, что при облучении вдоль линии домены прорастают только частично (Рис. 31б-г).

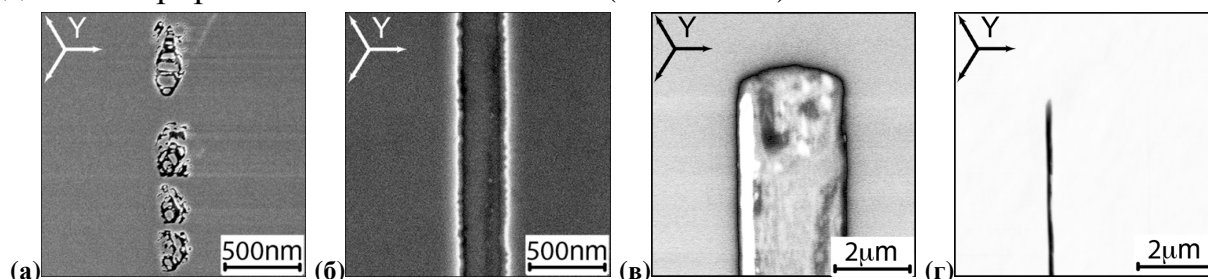


Рис. 31 (а)-(в) СЭМ и (г) СМПО изображения структур, полученных при облучении вдоль линии при $U = 15$ кВ и дозах: (а),(б) 5 мкКл/см, (в),(г) 6 мкКл/см. MgOLN, очистка поверхности – 20 мин.

Исследование доменных линий методом КМКР выявило, что при глубине доменов > 250 мкм на глубине > 50 -100 мкм доменные лучи распадаются на цепи изолированных доменов (Рис. 32а-в). Глубина доменов увеличивалась с ростом дозы (Рис. 32г).

Полученные результаты являются уникальными, поскольку в единственной публикации о формировании ДС при облучении Z^+ -поверхности [8] глубина доменов менее 100 нм. Предложен механизм образования и роста доменов (Рис. 33).

При облучении электроны первичного пучка формируют отрицательный объемный заряд на глубине до 700 нм при $U = 15$ кВ. Вторичная эмиссия электронов приводит к образованию положительного объемного заряда на глубине около 150 нм под поверхностью. Поле объемных зарядов переключает поляризацию в объеме вблизи поверхности [8]. Сформированный домен с заряженными стенками прорастает в полярном направлении благодаря поступающему в объем потоку электронов и току проводимости вдоль ЗДС, экранирующих деполяризующие поля.

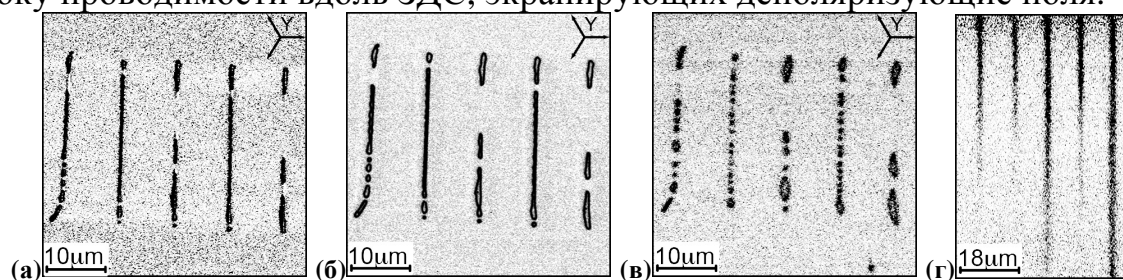


Рис. 32 КМКР изображения на разной глубине (а) 10 мкм, (б) 60 мкм, (в) 110 мкм, (г) Y-сечение. Облучение вдоль линии. $U = 15$ кВ, $D_L = 7$ мкКл/см. MgOLN, плазменная очистка – 20 мин.

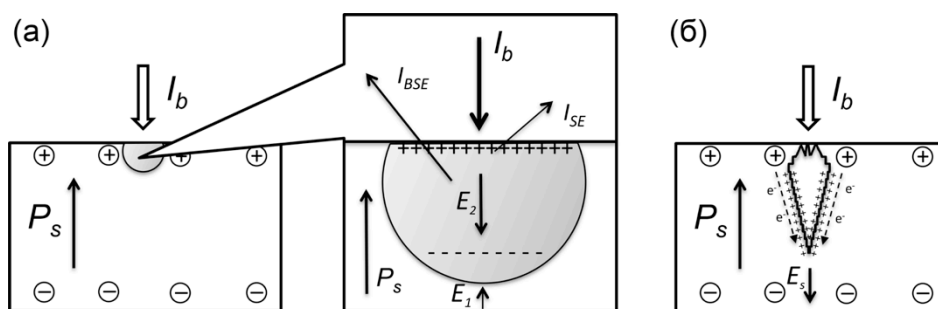


Рис. 33 Схема формирования домена при облучении Z^+ -поверхности электронным лучом. (а) Формирование области двойного заряда, (б) формирование и прямое прораствание домена.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ РАБОТЫ

Проведенные систематические исследования переключения поляризации при повышенной температуре и при воздействии фокусированного электронного луча в монокристаллах LN и LT позволили сделать следующие основные выводы:

- 1) На основе анализа тока переключения выявлены стадии эволюции доменной структуры и показано, что при повышении температуры уменьшается роль существующих несквозных доменов и существенную роль играет электропроводность по сквозным заряженным доменным стенкам. Показано, что повышение температуры приводит к значительному уменьшению пороговых полей переключения из монодоменного состояния.
- 2) Впервые выявлено изменение формы доменов при повышении температуры: в CLT от треугольной к круглой, а в NSLN и NSLT от правильной шестиугольной к бесформенной. Обнаружено исчезновение эффекта восстановления формы после слияния изолированных доменов в NSLN и NSLT при повышенных температурах. Полученные эффекты отнесены за счет изменения типа проводимости от анизотропной примесной к изотропной ионной.
- 3) Компьютерное моделирование роста изолированных доменов позволило объяснить изменение формы за счет увеличения отношения вероятностей стохастического и детерминированного зародышеобразования при повышении температуры.
- 4) Впервые обнаружено и изучено формирование дендритных ДС при переключении поляризации в NSLN при повышенных температурах. Выявлены стадии процесса и предложен механизм самоорганизованного формирования дендритных доменов.
- 5) Обнаружен эффект увеличения и уменьшения аномального тока проводимости по сквозным ЗДС при повышенных температурах. Увеличение тока отнесено за счет формирования области пространственного заряда, а уменьшение тока – за счет захвата зарядов глубокими ловушками.
- 6) Впервые показано, что при облучении электронами Z^+ -поверхности MgOLN могут быть получены стабильные внутриобъемные домены глубиной до 250 мкм и предложен механизм их образования. Эффект позволяет формировать стабильные регулярные ДС в LN для нелинейно-оптических устройств.

ЦИТИРУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Shur, V.Ya. Correlated nucleation and self-organized kinetics of ferroelectric domains / V.Ya. Shur // Nucleation theory and applications. – Weinheim : Wiley GmbH & Co., 2005. – Vol. 6. – P. 178-214.
2. Transient current during switching in increasing electric field as a basis for a new testing method / V.Ya. Shur [et al.] // Integ. Ferroelectrics. – 1995. – Vol. 10. – P. 223-230.

3. Shur, V.Ya. Kinetics of phase transformations in real finite systems: Application to switching in ferroelectrics / V.Ya. Shur, E.L. Rumyantsev, S.A. Makarov // J. Appl. Phys. – 1998. – Vol. 84. – № 1. – P. 445-451.
4. Norio, O. Etching study of microdomains in LiNbO₃ single crystals / O. Norio, I. Takashi // J. Appl. Phys. – 1975. – Vol. 46. – № 3. – P. 1063-1067.
5. Raman visualization of micro- and nanoscale domain structures in lithium niobate / P.S. Zelenovsky [et al.] // Appl. Phys. A. – 2010. – Vol. 99. – P. 741-744.
6. Kovacs, L. Electrical conductivity of LiNbO₃ / L. Kovacs, K. Polgar, C. Florea, edited by K.K. Wong // Properties of lithium niobate. – London : INSPEC, 2002. – P. 89-96.
7. Conduction at domain walls in oxide multiferroics / J. Seidel [et al.] // Nature Materials. – 2009. – Vol. 8. – P. 229-234.
8. Емелин, Е.В. Запись доменов электронным лучом на поверхности +Z-срезов ниобата лития / Е.В. Емелин, А.И. Ильин, Л.С. Коханчик // ФТТ. – 2013. – Т. 55. – № 3. – С. 489-495.
9. Le Bihan, R. Study of ferroelectric and ferroelastic domain structures by scanning electron microscopy / R. Le Bihan // Ferroelectrics. – 1989. – Vol. 97. – № 1. – P. 19-46.
10. Rearrangement of ferroelectric domain structure induced by chemical etching / V.Ya. Shur [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2005. – Vol. 87. – № 2. – P. 022905.
11. Formation and evolution of charged domain walls in congruent lithium niobate / V.Ya. Shur [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2000. – Vol. 77. – № 22. – P. 3636-3638.
12. Shur, V.Ya. Kinetics of ferroelectric domains: Application of general approach to LiNbO₃ and LiTaO₃ / V.Ya. Shur // J. Mat. Science. – 2006. – Vol. 41. – P. 199-210.
13. Shur, V.Ya. Nano- and micro-domain engineering in normal and relaxor ferroelectrics / V.Ya. Shur // Advanced dielectric, piezoelectric and ferroelectric materials-synthesis, characterization & applications. – Cambridge : Woodhead publishing ltd., 2008. – P. 622-669.
14. 3D modeling of domain structure evolution during discrete switching in lithium niobate / V.Ya. Shur [et al.] // Ferroelectrics. – 2010. – Vol. 399. – № 1. – P. 68-75.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи в рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК:

1. Formation of dendrite domain structures in stoichiometric lithium niobate at elevated temperatures / V.Ya. Shur, D.S. Chezganov, M.S. Nebogatikov, I.S. Baturin, M.M. Neradovskiy // J. Appl. Phys. – 2012. – Vol. 112. – P. 104113-1-6.
2. Polarization reversal in crystals of congruent lithium tantalate at elevated temperatures / D.S. Chezganov, V.Ya. Shur, I.S. Baturin, A.R. Akhmatkhanov // Ferroelectrics. – 2012. – Vol. 439. – P. 40-46.
3. Time-dependent conduction current in lithium niobate crystals with charged domain walls / V.Ya. Shur, I.S. Baturin, A.R. Akhmatkhanov, D.S. Chezganov, A.A. Esin // Appl. Phys. Lett. – 2013. – Vol. 103. – P. 102905-1-4.

Другие публикации:

1. Температурные зависимости проводимости в монокристаллах семейства ниобата лития и танталата лития с различной степенью отклонения от стехиометрии и легирования / Д.С. Чезганов, А.Р. Ахматханов, И.С. Батурин, В.Я. Шур // Тезисы докл. СПФКС-10. – Екатеринбург, Россия. – 9-15 ноября, 2009. – С. 114-115.
2. The temperature dependence of domain kinetics and bulk screening in lithium niobate and lithium tantalate single crystals / I.S. Baturin, V.Ya. Shur, A.R. Akhmatkhanov, D.S. Chezganov // Abstracts of ISAF-ECAPD-10. – Edinburgh, UK. – August 9-12, 2010. – P. 41-42.
3. Релаксация проводимости по доменным стенкам в монокристаллах ниобата и танталата лития после переключения поляризации / Д.С. Чезганов, А.Р. Ахматханов, И.С. Батурин, В.Я. Шур // Тезисы докл. RPS-22. – Воронеж, Россия. – 14-18 сентября, 2010. – С. 163-164.
4. Domain evolution and bulk screening in lithium niobate and lithium tantalate single crystals at the elevated temperatures / A.R. Akhmatkhanov, D.S. Chezganov, I.S. Baturin, V.Ya. Shur // Abstracts of ISFD-10. – Prague, Czech Republic. – September 20-24, 2010. – P. 45.
5. Исследование кинетики доменной структуры и процессов экранирования в монокристаллах ниобата лития и танталата лития при повышенных температурах / Д.С. Чезганов, А.Р. Ахматханов, И.С. Батурин, В.Я. Шур // Тезисы докл. СПФКС-11. – Екатеринбург, Россия. – 15-21 ноября, 2010. – С. 88.

6. Charged domain wall conductivity in lithium niobate and lithium tantalate single crystals at elevated temperatures / I.S. Baturin, D.S. Chezganov, A.A. Esin, A.R. Akhmatkhanov, V.Ya. Shur // Abstracts of EMF – 2011. – Bordeaux, France. – June 26 - July 2, 2011. – P. 2C-3O.
7. Domain kinetics in lithium niobate and lithium tantalate single crystal at elevated temperature / D.S. Chezganov, A.R. Akhmatkhanov, I.S. Baturin, A.A. Esin, V.Ya. Shur // Abstracts of EMF – 2011. – Bordeaux, France. – June 26 - July 2, 2011. – P. 2-16.
8. Domain kinetics in lithium niobate and lithium tantalate single crystals at elevated temperature / I.S. Baturin, D.S. Chezganov, A.R. Akhmatkhanov, V.Ya. Shur // Abstracts of ISAF-PFM-2011. – Vancouver, Canada. – July 24-27, 2011. – P. AR 714.
9. Особенности кинетики доменной структуры в монокристаллах ниобата лития и танталата лития при повышенных температурах / Д.С. Чезганов, А.Р. Ахматханов, А.А. Есин, И.С. Батулин, В.Я. Шур // Тезисы докл. ВКС19. - Москва, Россия. – 20-23 июня, 2011. – С. 233.
10. Проводимость по заряженным доменным стенкам в монокристаллах ниобата лития и танталата лития при повышенных температурах / И.С. Батулин, Д.С. Чезганов, А.Р. Ахматханов, А.А. Есин, В.Я. Шур // Тезисы докл. ВКС19. – Москва, Россия. – 20-23 июня, 2011. – С. 78.
11. Проводимость по заряженным доменным стенкам в монокристаллах ниобата лития при повышенных температурах / Д.С. Чезганов, А.Р. Ахматханов, А.А. Есин, И.С. Батулин, В.Я. Шур // Тезисы докл. СПФКС-12. – Екатеринбург, Россия. – 14-20 ноября, 2011. – С. 78.
12. Исследование температурной зависимости формы изолированных доменов в монокристаллах ниобата лития и танталата лития методами растровой электронной микроскопии / Д.С. Чезганов, А.Р. Ахматханов, И.С. Батулин, В.Я. Шур // Тезисы докл. РКЭМ-2012. – Черно-головка, Россия. – 29 мая - 1 июня, 2012. – С. 313
13. Formation of dendrite domain structures by switching at elevated temperatures in stoichiometric lithium niobate / D.S. Chezganov, M.M. Neradovskiy, M.S. Nebogatikov, V.Ya. Shur // Abstracts of ISFP-7. – Voronezh, Russia. – September 10-13, 2012. – P. 113.
14. Study of the dendrite-like domains in stoichiometric lithium niobate single crystal / D.S. Chezganov, I.S. Baturin, M.M. Neradovskiy, M.S. Nebogatikov, V.Ya. Shur // Abstracts of STRANN-2012. – St-Petersburg, Russia. – October 10-12, 2012. – P. 64.
15. Dendrite domain structures in stoichiometric lithium niobate / I.S. Baturin, D.S. Chezganov, M.S. Nebogatikov, M.M. Neradovskiy, V.Ya. Shur // Abstracts of AMF-8. – Pattaya, Thailand. – December 9-14, 2012. – P. 56.
16. Dendrite domain structures in stoichiometric lithium niobate / D.S. Chezganov, M.M. Neradovskiy, M.S. Nebogatikov, V.Ya. Shur // Abstracts of ISAF-ECAPD-PFM-2012. – Aveiro, Portugal. – July 9-13, 2012. – P. 186.
17. Formation of nanodomain structures in lithium niobate and lithium tantalate crystals studied by confocal Raman microscopy / V.Ya. Shur, M.S. Nebogatikov, D.S. Chezganov, A.V. Ievlev, M.A. Dolbilov, E.A. Mingaliev, P. Baldi, M.P. DeMicheli // Abstracts of ISAF-ECAPD-PFM-2012. – Aveiro, Portugal. – July 9-13, 2012. – P. 355.
18. Study of charged domain wall conductivity in lithium niobate single crystals / I.S. Baturin, A.A. Esin, D.S. Chezganov, A.R. Akhmatkhanov, V.Ya. Shur // Abstracts of ISFD-11-RCBJSF. – Ekaterinburg, Russia. – August 20-24, 2012. – P. 19.
19. Dendrite domain structures formation in stoichiometric lithium niobate / D.S. Chezganov, M.M. Neradovskiy, M.S. Nebogatikov, V.Ya. Shur // Abstracts of ISFD-11-RCBJSF. – Ekaterinburg, Russia. – August 20-24, 2012. – P. 133.
20. Formation of nanodomain structures in lithium niobate and lithium tantalate crystals studied by confocal Raman microscopy / M.S. Nebogatikov, V.Ya. Shur, D.S. Chezganov, A.V. Ievlev, M.A. Dolbilov, E.A. Mingaliev // Abstracts of ISFD-11-RCBJSF. – Ekaterinburg, Russia. – August 20-24, 2012. – P. 201.
21. Polarization reversal in crystals of congruent lithium tantalate at elevated temperatures / D.S. Chezganov, V.Ya. Shur, I.S. Baturin, A.R. Akhmatkhanov // Abstracts of UFFC-EFTF-PFM. – Prague, Czech Republic. – July 21-25, 2013. – P. ISAF-P3C-47.
22. Charged domain wall conductivity in lithium niobate and lithium tantalate crystals / I.S. Baturin, D.S. Chezganov, A.A. Esin, V.Ya. Shur, A.R. Akhmatkhanov, D.G. Ksenofontov // Abstracts of UFFC-EFTF-PFM. – Prague, Czech Republic. – July 21-25, 2013. – P. ISAF1-M1-5.
23. Engineered dendrite domains in stoichiometric lithium niobate / V.Ya. Shur, D.S. Chezganov, I.S. Baturin, M.S. Nebogatikov, M.M. Neradovskiy // Abstracts of JSAP-MRS2013. – Kyoto, Japan. – September 16-20, 2013. – P. 18a-M5-9.

Подписано в печать 5 ноября 2013 г. Формат 60×84/16
Бумага для множ. аппаратов. Усл. печ. л. 1,5. Тираж 100 экз.
Отпечатано на принтере в лаборатории сегнетоэлектриков
НИИ ФПМ Института естественных наук УрФУ
620000, г. Екатеринбург, ул. Куйбышева, 48а, к.230